

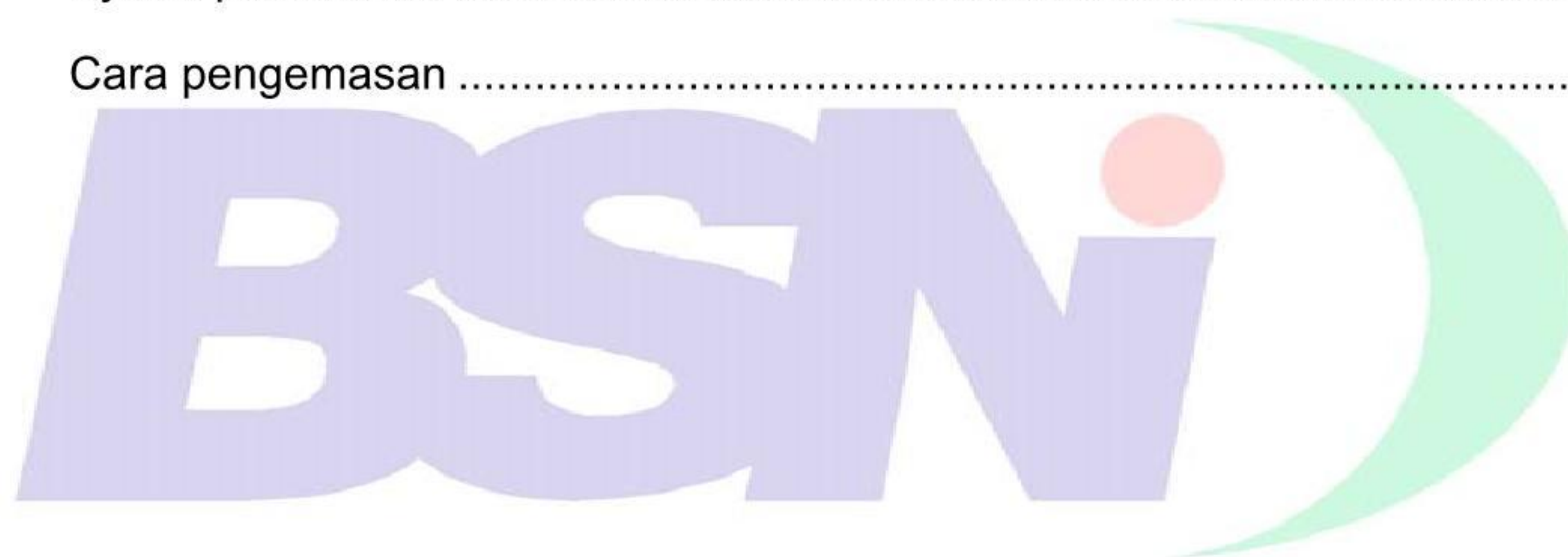


Pupuk urea



Daftar isi

Daftar isi.....	1
Prakata	2
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan.....	1
3 Definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Cara pengambilan contoh.....	1
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	6
8 Syarat penandaan	6
9 Cara pengemasan	6



Prakata

Revisi SNI 02-2801-1992, Pupuk urea khususnya untuk cara uji kadar biuret disesuaikan dengan perkembangan teknologi pengujian kadar biuret, revisi diajukan oleh salah satu produsen pupuk urea juga dimaksudkan untuk meningkatkan daya saing ekspor pupuk urea.

Rapat teknis revisi diselenggarakan di Samarinda dan Jakarta. Rapat konsensus di Jakarta pada bulan Desember 1996. Hadir dalam rapat teknis adalah produsen pupuk, balai penguji, pemakai dan instansi teknis terkait lainnya.



Pupuk urea

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, syarat penandaan dan cara pengemasan untuk pupuk urea.

2 Acuan

SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

ISO 2754: 1973 (E), *Urea for industrial use - Determination of biuret (photometric method)*.

3 Definisi

pupuk urea

pupuk buatan yang merupakan pupuk tunggal, mengandung unsur hara utama nitrogen, berbentuk butiran (prill) atau gelintiran (granulir) dengan rumus kimia $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$

4 Syarat mutu

Syarat mutu pupuk urea sesuai dengan Tabel 1 di bawah ini:

Tabel 1 Syarat mutu pupuk urea

		satuan dalam persen
No.	Uraian	Persyaratan
1	Bentuk butiran - Kadar nitrogen - Kadar air - Kadar biuret	min. 46 maks. 0,5 maks. 1
2	Bentuk gelintiran - Kadar nitrogen - Kadar air - Kadar biuret	min. 46 maks. 0,5 maks. 2

5 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

6 Cara uji

6.1 Kadar nitrogen

6.1.1 Prinsip

Nitrogen dalam urea dihidrolisis dengan H_2SO_4 dan NH_3 yang terbentuk didestilasi dari larutan alkali. Destilat ditampung dalam larutan H_2SO_4 dan kelebihan asam dititrasi kembali. Titik akhir titrasi tercapai bila warna lembayung dari indikator campuran merah metil biru metilen, berubah menjadi lembayung kehijauan.

6.1.2 Peralatan

- a) labu Kjeldahl;
- b) Erlenmeyer;
- c) unit destilasi lengkap;
- d) buret;
- e) pipet;
- f) gelas ukur;
- g) corong;
- h) pemanas.

6.1.3 Pereaksi

- a) H_2SO_4 pekat (sg 1,84);
- b) larutan 0,25 N H_2SO_4 ;
- c) larutan 0,25 N NaOH;
- d) larutan NaOH 40 %;
- e) indikator campuran merah metil biru metilen;
- f) indikator phenolphthalein.

6.1.4 Prosedur

- a) timbang 5 g contoh dan masukkan ke dalam labu Kjeldahl;
- b) tambahkan 25 ml H_2SO_4 pekat dengan gelas ukur dan didihkan dengan nyala api kecil selama 1 jam;
- c) setelah dingin, encerkan dengan air suling dan pindahkan ke dalam labu ukur 500 ml lalu isi sampai tanda garis dan kocok hingga serba sama;
- d) pipet 25 ml larutan tersebut ke dalam labu destilasi dan tambahkan air suling hingga isinya menjadi 300 ml;
- e) siapkan alat destilasi dan larutan ini didestilasi. Destilasi ditampung ke dalam 50 ml 0,25 N H_2SO_4 dalam Erlenmeyer 500 ml yang mengandung beberapa tetes indikator campuran merah metil biru metilen, ujung pendingin harus tercelup dalam larutan penampung;
- f) sebelum larutan didestilasi, tambahkan NaOH 40% ke dalam labu destilasi sampai larutan berwarna merah (indikator phenolphthalein). Penambahan NaOH harus dilakukan dengan cepat,

- g) hentikan destilasi setelah Erlenmeyer berisi sekitar 400 ml destilat;
- h) titer kelebihan 0,25 N H₂SO₄ dengan 0,25 N NaOH hingga titik akhir titrasi tercapai dan catat volume 0,25 N NaOH yang dipakai; .
- i) lakukan titrasi blangko seperti di atas.

6.1.5 Perhitungan

Kadar total nitrogen dalam urea dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Total nitrogen} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 14,008 \times f}{W \times 1000} \times 100\%$$

dengan:

- V₁ adalah volume NaOH 0,25 N yang dipakai pada titrasi blangko, dinyatakan dalam ml;
- V₂ adalah volume NaOH 0,25 N yang dipakai pada titrasi contoh, dinyatakan dalam ml;
- N adalah normalitas NaOH yang dipakai sebagai titran;
- W adalah berat contoh, dinyatakan dalam gram;
- 14,008 adalah Berat Atom (BA) nitrogen;
- f adalah faktor pengenceran.

6.2 Kadar air

6.2.1 Prinsip

Bila air bereaksi dengan larutan pereaksi *Karl Fischer*, yaitu campuran dari iod, belerang dioksida, piridin dan metanol, maka elektroda platina dari alat aquatitrator tetap terpolariod sedikit saja akan mendepolarisasi dan menyebabkan sejumlah besar arus akan mengalir ke mikrometer, kelebihan iodin sedikit saja akan mendepolarisasi elektroda dan akan menunjukkan titik akhir titrasi.

6.2.2 Peralatan

- a) aquatitrator atau aquameter;
- b) botol timbang;
- c) neraca analitik.

6.2.3 Pereaksi

- a) larutan pereaksi *Karl Fischer*, larutan tunggal yang stabil dengan titer 5 mg H₂O / ml;
- b) metanol, dengan kadar air maksimum 0,1%;
- c) air suling.

6.2.4 Prosedur

- a) masukkan sejumlah metanol ke dalam botol reaksi aquatitrator hingga elektroda platina terendam;
- b) titrasi dengan larutan *Karl Fischer* sampai titik akhir tercapai dan diperoleh metanol bebas air;

- c) timbang dengan teliti 2 g sampai dengan 3 g contoh urea dan masukkan ke dalam botol reaksi aquatitrator dan aduk hingga semua contoh terlarut;
- d) titrasi dengan larutan *Karl Fischer* hingga titik akhir tercapai dan catat volume larutan *Karl Fischer* yang dipakai untuk titrasi.

6.2.5 Perhitungan

Kadar air dalam contoh dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar air} = \frac{V \times N}{W \times 1000} \times 100\%$$

dengan:

- V adalah volume pereaksi Karl Fischer yang dipakai, dinyatakan dalam ml;
- N adalah normalitas pereaksi Karl Fischer yang dipakai sebagai titran;
- W adalah berat contoh, dinyatakan dalam gram.

6.3 Kadar biuret

6.3.1 Prinsip

Dalam suasana basa, biuret beraksi dengan tembaga (II) sulfat membentuk suatu senyawa kompleks berwarna lembayung. Kelebihan tembaga di dalam larutan dinetralkan oleh kalium natrium tartrat. Absorbansi larutan diukur pada rentang panjang gelombang 530 nm sampai dengan 550 nm.

6.3.2 Peralatan

- a) spektrofotometer sinar tampak;
- b) labu ukur 50 ml, 200 ml, dan 1000 ml;
- c) botol timbang;
- d) pipet volumetrik 10 ml dan 20 ml;
- e) kertas saring;
- f) corong kaca;
- g) neraca analitik;
- h) corong Gooch;
- i) pompa vacuum.

6.3.3 Pereaksi

- a) larutan tembaga (II) sulfat;

Enam (6) gram tembaga (II) sulfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dilarutkan dalam air suling bebas CO_2 dalam sebuah labu ukur satu liter, diencerkan sampai tanda batas dan dikocok;

- b) larutan kalium natrium tartrat

32 gram kalium hidroksida (85 %b/b) dan 20 gram kalium natrium tartrat hidrat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dilarutkan dalam air suling bebas CO_2 dalam sebuah labu ukur

satu liter, diencerkan sampai tanda batas dan dikocok. Simpan larutan selama minimal 2 hari sebelum digunakan;

- c) biuret spndar yang telah dimurnikan sbb:
 - timbang 5 gram biuret standar, masukkan ke dalam gelas piala 100 ml;
 - tambahkan 15 ml larutan amoniak (10 %b/b) dan diaduk selama 15 menit;
 - saring larutan dengan menggunakan corong Gooch G3;
 - cuci alat penyaring masing-masing dua kali 'dengan 5 ml air dan tiga kali dengan 10 ml aseton;
 - keringkan biuret selama 3 jam pada temperatur 105 °C;
 - simpan biuret standar dalam botol berwarna coklat dan ditutup rapat.

6.3.4 Prosedur

6.3.4.1 Penentuan kurva standar dan I atau faktor kalibrasi pereaksi

- a) pembuatan larutan standar
0,8 g biuret murni dilarutkan di dalam 1000 ml air bebas mineral (sebelum ditimbang dikeringkan lebih dahulu pada suhu 105 °C selama 3 jam). Larutan ini mengandung 0,8 mg/ml;
- b) pembuatan kurva standar
Pipet 0,5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml, dan 25 ml larutan standar ke dalam labu ukur 50 ml, tambahkan masing-masing 10 ml natrium kalium tartrat dan 10 ml tembaga (II) sulfat, encerkan sampai tanda Batas dengan air bebas mineral, diamkan 30 menit. Ukur absorbansi pada rentang panjang gelombang 530 nm sampai dengan 550 nm. Selanjutnya buat kurva standar mg biuret vs absorbansi atau tentukan faktor kalibrasi pereaksi (mg).

6.3.4.2 Pengujian contoh uji

- a) timbang kurang lebih 10 g contoh urea dengan teliti dan masukkan ke dalam labu ukur 200 ml dan encerkan sampai tanda batas, kemudian kocok, saring dengan kertas saring;
- b) dengan sebuah pipet volumetrik, pindahkan 20 ml larutan A ke dalam sebuah labu ukur 50 ml, kemudian tambahkan 10 ml larutan kalium natrium tartrat dan 10 ml larutan tembaga (II) sulfat, encerkan sampai tanda batas dan kocok (larutan B);
- c) dengan sebuah pipet volumetrik, pindahkan 20 ml larutan A ke dalam sebuah labu ukur 50 ml yang kedua, tambahkan 10 ml larutan kalium natrium tartrat, encerkan sampai tanda batas dan kocok (larutan C);
- d) ke dalam sebuah labu ukur 50 ml yang ketiga, pindahkan 10 ml larutan kalium natrium tartrat kemudian tambahkan 10 ml larutan tembaga (II) sulfat, encerkan sampai tanda batas dan kocok (larutan D);
- e) ke dalam sebuah labu ukur 50 ml yang keempat, pindahkan 10 ml larutan kalium natrium tartrat, encerkan sampai tanda batas dan kocok (larutan F);
- f) diamkan masing-masing larutan B, C, D dan F selama 30 menit;

- g) lakukan pengukuran pada rentang panjang gelombang 530 nm sampai dengan 550 nm mempergunakan cuvet 4,0 cm, sebagai berikut:
- atur fotometer pada transmisi 100 % (nol absorbansi) dengan larutan F kemudian tetapkan absorbansi dari larutan D (untuk memeriksa keadaan larutan tembaga(II) sulfat ($= E_D$);
 - atur fotometer pada transmisi 100 % (nol absorbansi) untuk larutan C dan kemudian tetapkan absorbansi dari larutan B ($= E_B$).

6.3.5 Perhitungan

Hitung kadar biuret dalam % (b/b) dengan menggunakan rumus:

$$\text{Kadar biuret (\%)} = \frac{a \times f_p}{w \times 10}$$

dengan:

w adalah berat sample, dinyatakan dalam gram;

a adalah berat biuret yang sesuai dengan selisih absorbansi larutan B dan D ($E_B - E_D$), dinyatakan dalam miligram;

f_p adalah faktor pengenceran.

atau apabila mempergunakan faktor kalibrasi pereaksi dapat digunakan rumus:

$$\text{Kadar biuret (\%)} = \frac{(E_B - E_D) f_k \times f_p}{W \times 10}$$

dengan:

E_B adalah absorbansi larutan contoh B;

E_D adalah absorbansi larutan D;

f_k adalah faktor kalibrasi pereaksi, dinyatakan dalam miligram;

f_p adalah faktor pengenceran.

W adalah berat sampel, dinyatakan dalam miligram.

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila telah memenuhi seluruh persyaratan dalam standar ini.

8 Syarat penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan nama produk, kadar hara utama, berat bersih, lambang / merk, nama produsen serta tulisan / tanda "Jangan pakai gancu".

9 Cara pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tidak menimbulkan reaksi dengan isi, kedap udara dan kuat.

Bibliografi

AOAC 960 04:1990, *Biuret in fertilizers* (spectrophotometric method).

AOAC 972 01:1990, *Water (free) in fertilizers* (alternative extraction method).

DSM (Deutch Sta'at Mijnen) 135-E: 1971, *Determination of ammonium nitrogen* (destilation method).

DSM 130-E:1973, *Determination of biuret in urea* (spectrophotometric method).

DSM 805-1 E:1974, *Determination of water in urea* (Karl Fischer method).

Analysis manual Toya Engineering Corp (TEC), Job 7341, *Method of measuring biuret in urea product*.

Laboratory manual the MW, Kellog company, Job 6383: 1983, *Determination of biuret in urea* (spectrophotometric method).













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id